



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

REC'D 19 NOV 2003

COPIE OFFICIELLE

WIPO

PCT

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 23 SEP. 2003

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'M. Planche', enclosed within a large, stylized oval loop.

Martine PLANCHE

**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr

This Page Blank (uspto)



26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ
Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

cerfa
N° 11354*01

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire 08 540 W / 260899

REMISE DES PIÈCES DATE 23 AOUT 2002 LIEU 39 N° D'ENREGISTREMENT 0210595 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 23 AOUT 2002		1 <input checked="" type="checkbox"/> NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE SOLVAY (Société Anonyme) Direction Régionale pour la France 12, Cours Albert 1er F-75383 PARIS CEDEX 08 (France)	
Vos références pour ce dossier (facultatif) S 02/12			
Confirmation d'un dépôt par télécopie <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
2 NATURE DE LA DEMANDE		Cochez l'une des 4 cases suivantes	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
<i>Demande de brevet initiale</i> <i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i>		N°	Date
		N°	Date
Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i>		<input type="checkbox"/>	Date
		N°	Date
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) Procédé de fabrication de pentafluoroéthane			
4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> N° <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
5 DEMANDEUR		<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
Nom ou dénomination sociale		SOLVAY	
Prénoms			
Forme juridique		Société Anonyme	
N° SIREN			
Code APE-NAF			
Adresse	Rue	Rue du Prince Albert, 33	
	Code postal et ville	1050	BRUXELLES
Pays		Belgique	
Nationalité		belge	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			



BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REMISE DES PIÈCES DATE LIEU 23 AOUT 2002 N° D'ENREGISTREMENT 0210595 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI	DB 540 W / 260899
Vos références pour ce dossier : <i>(facultatif)</i>		S 02/12	
6 MANDATAIRE			
Nom			
Prénom			
Cabinet ou Société			
N °de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>			
N° de télécopie <i>(facultatif)</i>			
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>			
7 INVENTEUR (S)			
Les inventeurs sont les demandeurs		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée	
8 RAPPORT DE RECHERCHE		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)	
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	
Paiement échelonné de la redevance		Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non	
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention <i>(joindre un avis de non-imposition)</i> <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt <i>(joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence) :</i>	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			
10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) SOLVAY (Société Anonyme)		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI C. TRAN	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

Procédé de fabrication de pentafluoroéthane

Le pentafluoroéthane (HFC-125) est un hydrofluoroalcane qui est utilisé, entre autres, dans des compositions réfrigérantes.

Il est connu de fabriquer du HFC-125 par hydrofluoration de précurseurs chlorés tels que le perchloroéthylène ou des hydrochlorofluoroéthanes. Au cours d'un tel procédé de fabrication, il n'est pas possible d'éviter la formation de chlorofluorocarbones (CFC), en particulier de CFC-115. Les CFC sont soupçonnés d'être impliqués dans la dégradation de la couche d'ozone stratosphérique. En conséquence, leur teneur dans le HFC-125 doit être réduite à l'issue du procédé de fabrication, ce qui peut s'avérer compliqué et coûteux.

La demande de brevet EP-A-634383 décrit entre autres la fabrication de HFC-125 à partir de tétrafluoroéthylène en présence d'un hydrofluorure de base azotée organique. La productivité en HFC-125 est de 40 mmol par heure et par litre de milieu réactionnel.

Il était souhaitable de mettre à disposition un procédé de fabrication de HFC-125 exempt de CFC-115, avec une productivité améliorée.

L'invention concerne dès lors un procédé pour la fabrication de pentafluoroéthane selon lequel on soumet du tétrafluoroéthylène à une réaction avec un hydrofluorure de base azotée organique à une température supérieure à 100° et ne dépassant pas 160°C.

Dans le procédé selon l'invention, la température est souvent supérieure ou égale à 110°C. De préférence, la température est supérieure ou égale à 120°C. Une température supérieure ou égale à environ 130°C donne également de bons résultats. Dans le procédé selon l'invention, la température est souvent inférieure ou égale à 150°C. De préférence, la température est inférieure ou égale à 145°C. Une température d'environ 140°C donne également de particulièrement bons résultats.

Il a été trouvé de manière surprenante, que le procédé selon l'invention permet de fabriquer du HFC-125 exempt de CFC-115 au départ de tétrafluoroéthylène, dans des conditions de productivité particulièrement efficaces, sans formation de sous-produits ni dégradation de l'hydrofluorure de base azotée organique. En particulier, le procédé selon l'invention permet

d'augmenter la productivité en HFC-125 par rapport à l'enseignement de l'état de la technique.

La productivité en HFC-125 du procédé selon l'invention est généralement supérieure ou égale à 0,05 mol/h par litre d'hydrofluorure de base azotée
 5 organique. Souvent elle est supérieure à 0,1 mol/h/l. Plus souvent elle est supérieure ou égale à 0,5 mol/h/l. La productivité en HFC-125 peut même être supérieure ou égale à 1 mol/h/l.

Dans le procédé selon l'invention, on met de préférence en œuvre un hydrofluorure d'une base azotée organique répondant à la formule générale (I),
 10
$$[B \cdot n HF] \quad (I)$$
 dans laquelle B représente une base azotée organique et n représente un nombre entier ou décimal ≤ 4 .

A titre de bases azotées B répondant à la formule (I), on peut mettre en œuvre, par exemple, des amines y compris des hétérocycles azotés. Des
 15 exemples particuliers de bases azotées B répondent à la formule (II)



dans laquelle les résidus R₁, R₂ et R₃ peuvent être identiques ou différents et peuvent signifier
 un atome d'hydrogène,
 20 un résidu alkyle avec 1 à 20, de préférence 1 à 12, en particulier 1 à 6 atomes de carbone,
 un résidu alcényle avec 2 à 20, de préférence 2 à 12, en particulier 2 à 6 atomes de carbone,
 un résidu cycloalkyle avec 5 à 7 atomes de carbone,
 25 un résidu cycloalcényle avec 5 à 7 atomes de carbone,
 un résidu arylalkyle avec 7 à 10 atomes de carbone ou
 un résidu aryle avec 6 à 10 atomes de carbone, qui peut encore être substitué par des groupes alkyles en C1-C3 ou alcoxy en C1-C3.
 Sont préférés dans ce cas les résidus d'alkyle, de cycloalkyle, d'aryl-alkyle et
 30 d'aryle cités.

En outre, deux des résidus R₁ à R₃ peuvent former, ensemble avec l'atome d'azote qui les porte, un cycle à 5 à 7 membres, qui peut contenir un atome d'oxygène ou un atome d'azote supplémentaire. Ce cycle présente par
 conséquent 5 à 7 membres, dont un est l'atome d'azote et les autres sont, de
 35 préférence, des groupes CH₂. Un des groupes CH₂ peut également être remplacé par un atome d'oxygène ou d'azote, ce cas n'étant cependant pas préféré.

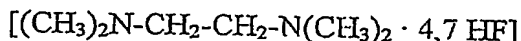
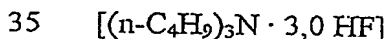
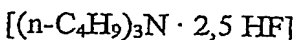
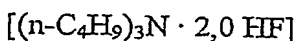
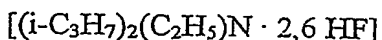
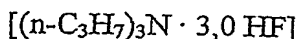
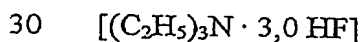
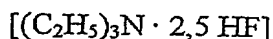
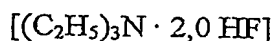
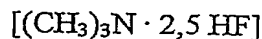
Les résidus R1 à R3 peuvent également former ensemble avec l'atome d'azote qui les porte, deux ou trois cycles à 5 à 7 membres, de préférence saturés, qui peuvent contenir des atomes d'azote supplémentaires, tels que par exemple dans l'hexaméthylènetétramine ou le diazabicyclooctane.

5 En outre, la base azotée B peut être un noyau hétérocyclique à 6 membres qui peut contenir un ou deux atomes d'azote et qui peut également être benzo-condensé, par exemple la pyridine, la pyrimidine ou la quinoline.

Des bases azotées B organiques particulièrement préférées sont les amines tertiaires, y compris les N-hétérocycles, avec en tout de 3 à 12 atomes de
10 carbone. De préférence, l'amine tertiaire est choisie parmi la triméthylamine, la triéthylamine, la tri-n-propylamine, l'isopropyldiéthylamine, la tri-n-butylamine, la N,N-diméthylaniline, la N-méthylpipéridine, la pyridine, la quinoline, la N,N'-tétraméthyléthylène-diamine et l'hexaméthylènetétramine. La tri n-butylamine et la triéthylamine sont particulièrement préférées. La triéthylamine est encore plus
15 particulièrement préférée.

Le nombre n dans la formule générale (I) signifie la quantité molaire de HF par atome d'azote de la base B et représente un nombre entier ou décimal inférieur ou égal à 4. De préférence, n est un nombre inférieur ou égal à 3,5. De
20 manière plus préférée, n est un nombre inférieur ou égal à 3. Le nombre n représente généralement un nombre supérieur ou égal à 0,5. De préférence, n est un nombre entier ou décimal, supérieur ou égal à 1, plus particulièrement supérieur ou égal à 1,5. De manière plus préférée, n est un nombre supérieur ou égal à environ 1,8.

25 Ci-dessous, on indique des exemples particuliers d'hydrofluorures de base azotée organique, répondant à la formule (I) pouvant être utilisés dans le procédé conforme à la présente invention :



Les résidus R1 à R3 peuvent également former ensemble avec l'atome d'azote qui les porte, deux ou trois cycles à 5 à 7 membres, de préférence saturés, qui peuvent contenir des atomes d'azote supplémentaires, tels que par exemple dans l'hexaméthylènetétramine ou le diazabicyclooctane.

5 En outre, la base azotée B peut être un noyau hétérocyclique à 6 membres qui peut contenir un ou deux atomes d'azote et qui peut également être benzo-condensé, par exemple la pyridine, la pyrimidine ou la quinoline.

Des bases azotées B organiques particulièrement préférées sont les amines tertiaires, y compris les N-hétérocycles, avec en tout de 3 à 12 atomes de
10 carbone. De préférence, l'amine tertiaire est choisie parmi la triméthylamine, la triéthylamine, la tri-n-propylamine, l'isopropyldiéthylamine, la tri-n-butylamine, la N,N-diméthylaniline, la N-méthylpipéridine, la pyridine, la quinoline, la N,N'-tétraméthyléthylène-diamine et l'hexaméthylènetétramine. La tri n-butylamine et la triéthylamine sont particulièrement préférées. La triéthylamine est encore plus
15 particulièrement préférée.

Le nombre n dans la formule générale (I) signifie la quantité molaire de HF par atome d'azote de la base B et représente un nombre entier ou décimal inférieur ou égal à 4. De préférence, n est un nombre inférieur ou égal à 3,5. De manière plus préférée, n est un nombre inférieur ou égal à 3. Le nombre n
20 représente généralement un nombre supérieur ou égal à 0,5. De préférence, n est un nombre entier ou décimal, supérieur ou égal à 1, plus particulièrement supérieur ou égal à 1,5. De manière plus préférée, n est un nombre supérieur ou égal à environ 1,8. Un nombre n supérieur ou égal à 2 est plus particulièrement préféré.

25 Ci-dessous, on indique des exemples particuliers d'hydrofluorures de base azotée organique, répondant à la formule (I) pouvant être utilisés dans le procédé conforme à la présente invention :

[(CH₃)₃N · 2,5 HF]
[(C₂H₅)₃N · 2,0 HF]
30 [(C₂H₅)₃N · 2,5 HF]
[(C₂H₅)₃N · 3,0 HF]
[(n-C₃H₇)₃N · 3,0 HF]
[(i-C₃H₇)₂(C₂H₅)N · 2,6 HF]
[(n-C₄H₉)₃N · 2,0 HF]
35 [(n-C₄H₉)₃N · 2,5 HF]
[(n-C₄H₉)₃N · 3,0 HF]
[(CH₃)₂N-CH₂-CH₂-N(CH₃)₂ · 4,7 HF]

$[(CH_2)_6N_4 \cdot 2 HF]$

Dans le procédé selon l'invention, l'utilisation de [triéthylamine · 2,5 HF], [triéthylamine · 2,0 HF] ou de [tributylamine · 2,0 HF] est particulièrement préférée. La [triéthylamine · 2,5 HF] et la [triéthylamine · 2,0 HF] sont tout
5 particulièrement préférées.

Les hydrofluorures répondant à la formule (I) utilisables dans le procédé selon l'invention peuvent être préparés par réaction directe des amines avec du HF.

Dans le procédé selon l'invention, la réaction entre le tétrafluoroéthylène et
10 l'hydrofluorure de base azotée organique est généralement effectuée à une pression supérieure ou égale à 2 bar. De préférence, la pression est supérieure ou égale à 5 bar. Une pression supérieure ou égale à 7 bar est plus particulièrement préférée.

Dans le procédé selon l'invention, la réaction entre le tétrafluoroéthylène et
15 l'hydrofluorure de base azotée organique est généralement effectuée à une pression inférieure ou égale à 30 bar. De préférence, la pression est inférieure ou égale à 25 bar. Une pression inférieure ou égale à 20 bar est plus particulièrement préférée.

Le procédé selon l'invention peut être mis en œuvre, par exemple, dans
20 une colonne à bulles qui peut être constituée d'un métal résistant à la corrosion, de verre de borosilicate ou de matière synthétique ou dans un autoclave réalisé en un matériau approprié. On préfère tout équipement résistant aux réactifs et aux pressions préférées et aux températures préférées décrits plus haut.

En général, l'addition d'un solvant n'est pas nécessaire. En cas de besoin,
25 on peut toutefois aussi travailler en présence de quantités suffisantes d'un solvant aprotique, tel que le dioxane, le tétrahydrofuranne, l'acétonitrile ou la N-méthylpyrrolidone et la N-N-diméthylformamide.

Dans ce cas, la quantité de solvant n'excède généralement pas 80% en poids du poids total du milieu réactionnel. Souvent, la quantité de solvant
30 n'excède pas 60% en poids du poids total du milieu réactionnel. Lorsqu'un solvant est mis en œuvre, sa quantité est généralement d'au moins 20% en poids du poids total du milieu réactionnel.

Le procédé selon l'invention peut être réalisé en discontinu ou en continu. De bons résultats ont été obtenus en continu.

Lorsque le procédé selon l'invention est réalisé en discontinu, la durée de la réaction est généralement d'au moins 10 minutes. Souvent, la durée de la réaction est d'au moins 20 minutes. De préférence, elle est d'au moins 30 min. Dans ce cas, la durée de la réaction est généralement d'au plus 100 heures.

5 Souvent, la durée de la réaction est d'au plus 30 heures. De préférence, elle est d'au plus 5 heures.

Lorsque le procédé selon l'invention est réalisé en continu, le temps de séjour, défini comme le rapport entre le volume du milieu réactionnel et le débit gazeux total à l'entrée du réacteur, est généralement supérieur ou égal à 5 min.

10 Souvent, le temps de séjour est supérieur ou égal à 10 min. De préférence, le temps de séjour est supérieur ou égal à 20 min. Le temps de séjour est généralement inférieur ou égal à 10 h. Souvent, le temps de séjour est inférieur ou égal à 5 h. De préférence le temps de séjour est inférieur ou égal à 3 h.

Au cours de la réaction, particulièrement lorsqu'elle est réalisée en continu,

15 on peut contrôler le rapport entre la base azotée organique et le fluorure d'hydrogène dans l'hydrofluorure de base azotée organique. Ce contrôle peut être réalisé, par exemple, par un traitement d'au moins une fraction du milieu réactionnel avec du fluorure d'hydrogène, en particulier par des ajouts discontinus ou par un ajout en continu de fluorure d'hydrogène au milieu
20 réactionnel.

Dans une variante, on peut soutirer une fraction du milieu réactionnel comprenant de l'hydrofluorure de base azotée organique, soumettre hors du réacteur au moins une partie de cette fraction à un traitement avec du fluorure d'hydrogène, puis recycler au moins une partie de la fraction traitée au milieu
25 réactionnel.

Lorsqu'on contrôle le rapport entre la base azotée organique et le fluorure d'hydrogène dans l'hydrofluorure de base azotée organique, on vise généralement à ce que globalement, le nombre n dans l'hydrofluorure de base azotée organique dans le milieu réactionnel en cours de réaction n'atteigne pas
30 une valeur inférieure à 70% de sa valeur initiale. Souvent, on effectue ce traitement de manière à ce que le nombre n n'atteigne pas une valeur inférieure à 80% de sa valeur initiale. De préférence, on veille à ce que le nombre n n'atteigne pas une valeur inférieure à 90% de sa valeur initiale.

Le cas échéant, on veille généralement à ce que le nombre n dans
35 l'hydrofluorure de base azotée organique dans le milieu réactionnel en cours de réaction ne dépasse pas 150% de sa valeur initiale.

L'isolement du HFC-125 peut être effectué par exemple par distillation, ou par détente et par condensation.

Le HFC-125 obtenu selon le procédé selon l'invention est généralement directement totalement exempt de CFC-115.

- 5 L'invention concerne dès lors aussi un procédé de fabrication d'un mélange réfrigérant exempt de CFC-115 (chloropentafluoroéthane) selon lequel
- (a) on fabrique du HFC-125 exempt de CFC-115 selon le procédé selon l'invention ;
- (b) on mélange le HFC-125 avec au moins un autre hydrofluoroalcane choisi
10 parmi le HFC-32 (difluorométhane), le HFC-134a (1,1,1,2-tétrafluoroéthane) et le HFC-143a (1,1,1-trifluoroéthane).

Dans un autre aspect, l'invention concerne une composition réfrigérante exempte de CFC-115 comprenant du HFC-125 et au moins un autre hydrofluoroalcane choisi parmi le HFC-32, le HFC-134a et le HFC-143a.

- 15 Dans encore un autre aspect l'invention concerne un procédé de fabrication d'un mélange de gaz stérilisant exempt de CFC-115 selon lequel
- (a) on fabrique du HFC-125 exempt de CFC-115 selon le procédé selon l'invention
- (b) on mélange le HFC-125 avec au moins du HFC-227ea (1,1,1,2,3,3,3-heptafluoropropane et au moins un oxyde d'alkylène.
20

L'invention concerne aussi un mélange de gaz stérilisant exempt de CFC-115 comprenant du HFC-125, au moins du HFC-227ea et au moins un oxyde d'alkylène.

L'oxyde d'éthylène est préféré à titre d'oxyde alkylène.

- 25 Au sens de la présente invention on entend désigner par « exempt de CFC-115 » une teneur en CFC-115 inférieure ou égale à 10 mg/kg, voire 5 mg/kg. Par « totalement exempt de CFC-115 » on entend désigner une teneur en CFC-115 inférieure à la limite de détection CPV.

Les exemples suivants entendent illustrer le procédé selon l'invention sans toutefois le limiter.
30

Exemples 1 à 4

- Dans un autoclave de 500 ml en acier Inox 316 équipé d'un agitateur, on a introduit 200g d'hydrofluorure de base azotée indiqué dans le tableau ci-dessous et environ 2 g de limonène. Le système a été chauffé à la température de réaction et la quantité indiquée de tétrafluoroéthylène pur a été introduite de manière à
35 atteindre la pression initiale de la réaction. On a effectué des prélèvements en

phase liquide et gaz afin de déterminer le rendement en HFC-125 par analyse CPV (chromatographie en phase vapeur).

Exemple	Hydrofluorure de base azotée organique	T (°C)	TFEe (g)	Pression initiale (bar)	Productivité en HFC-125 (mol par heure et par litre d'hydrofluorure de base azotée organique)
1	$[(C_2H_5)_3N \cdot 2,0 HF]$	120	9	10,9	0,76
2	$[(C_2H_5)_3N \cdot 2,0 HF]$	140	8,5	12,8	1,70
3	$[(C_2H_5)_3N \cdot 2,5 HF]$	120	9,4	10	0,47
4	$[(n-C_4H_9)_3N \cdot 2,0 HF]$	120	8,7	10	0,18

TFEe : tétrafluoroéthylène mis en œuvre

- 5 Le HFC-125 obtenu ne contenait pas de CFC-115. Aucune décomposition de l'hydrofluorure de base azotée n'a été observée.

Exemple 5

- 10 Dans un autoclave de 500 ml, on a introduit 200 ml de complexe $(n-C_4H_9)_3N \cdot 2,5 HF$. Le système a été chauffé à 120°C et du tétrafluoroéthylène (37% en volume, dilué dans de l'hélium) a été introduit en continu. Le débit d'alimentation était de 92 mmol de tétrafluoroéthylène/heure. La pression était de 20 bar. Le temps de séjour était de 2h. La phase gaz sortant du réacteur a été analysée par CPV (chromatographie en phase vapeur). La productivité en HFC-125 était de 0.17 mol par heure et par litre de complexe.

15 L'essai a été poursuivi pendant 550 h sans signe de désactivation en ajoutant régulièrement du HF pour maintenir un rapport molaire $HF/(n-C_4H_9)_3N$ moyen de 2,4.

- 20 Aucun sous-produit n'a été détecté au cours de l'essai. Le produit obtenu était exempt de CFC-115.

REVENDICATIONS

1 - Procédé pour la fabrication de pentafluoroéthane selon lequel on soumet du tétrafluoroéthylène à une réaction avec un hydrofluorure de base azotée organique à une température supérieure à 100°C et ne dépassant pas 160°C.

2 - Procédé selon la revendication 1 dans lequel la température est de 110 à 150°C.

3 - Procédé selon la revendication 2 dans lequel la température est de 120 à 140°C.

4 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel la pression est maintenue de 2 à 30 bar.

5 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel l'hydrofluorure de base azotée organique répond à la formule générale $[B \cdot nHF]$ dans laquelle B désigne la base azotée organique et n désigne un nombre entier ou décimal inférieur ou égal à 4.

6 - Procédé selon la revendication 5 dans lequel n désigne un nombre inférieur ou égal à 3.

7 - Procédé selon la revendication 5 ou 6 dans lequel n désigne un nombre supérieur ou égal à 2.

8 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel la base azotée organique est choisie parmi la triéthylamine et la tri n-butylamine.

9 - Procédé selon la revendication 8, dans lequel la base azotée organique est la triéthylamine.

10 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, dans lequel la réaction est réalisée en continu.

PCT Application

EP0310083

